

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-175812

(43)Date of publication of application : 08.07.1997

(51)Int.Cl.

C01B 33/20

(21)Application number : 07-353002

(71)Applicant : KAO CORP

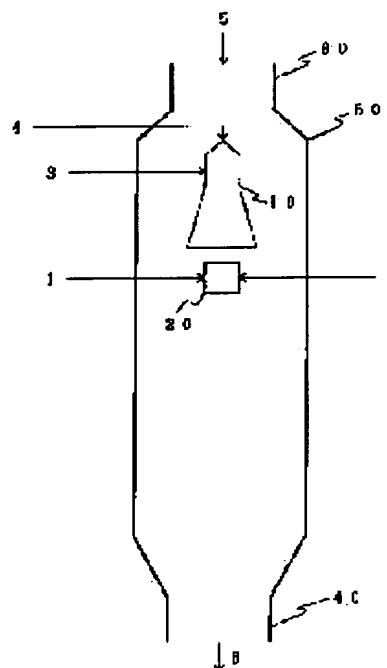
(22)Date of filing : 26.12.1995

(72)Inventor : NAKAMURA HIROYUKI
NITTA SHUICHI**(54) PRODUCTION OF CRYSTALLINE SILICIC ACID COMPOUND**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To remarkably shorten heat dehydrating time in heating and baking process compared with conventional method and thereby reduce heat load in baking process and improve productivity by drying an aqueous solution of a silicic acid compound by pulse impact wave.

SOLUTION: In this method for producing a crystalline silicic acid compound by heating and baking an aqueous solution of a silicic acid compound, the aqueous solution of the silicic acid compound is dried by a pulse impact wave drier to afford amorphous water-containing silicic acid compound powder and the powder is heated and baked to provide the objective crystalline silicic acid compound. The pulse impact wave drier is composed of a drying container 50 equipped with inlet 30 for secondary air 5 and outlet 40 for dried discharge gas and dried powder 6, a pulse burning machine 10 (3: fuel; 4: air) installed in the interior of the drying container 50 and generating a combustion gas accompanying pulse impact wave and an atomizing sprayer 20 (1: aqueous solution of silicic acid compound for atomizing and spraying the dried raw material; 2: air for spraying) into a combustion gas.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

BEST AVAILABLE COPY

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-175812

(43) 公開日 平成9年(1997)7月8日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 1 B 33/20

識別記号

庁内整理番号

F I

C 0 1 B 33/20

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 6 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平7-353002
(22) 出願日 平成7年(1995)12月26日

(71) 出願人 000000918
花王株式会社
東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(72) 発明者 中村 浩之
和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内
(72) 発明者 新田 秀一
和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内
(74) 代理人 弁理士 細田 芳徳

(54) 【発明の名称】 結晶性珪酸化合物の製造方法

(57) 【要約】

【解決手段】珪酸化合物水溶液を加熱・焼成して結晶性珪酸化合物を得る結晶性珪酸化合物の製造方法において、珪酸化合物水溶液をパルス衝撃波乾燥して無定形含水珪酸化合物粉末とした後、これを加熱・焼成して結晶性珪酸化合物とすることを特徴とする結晶性珪酸化合物の製造方法。

【効果】本発明の結晶性珪酸化合物の製造方法によると、無定形含水珪酸化合物粉末（乾燥粉末）を加熱焼成する場合に、従来の熱風式噴霧乾燥法による乾燥粉末を用いた場合と比較して、両者の乾燥粉末の含水率および加熱条件が同じであっても加熱焼成工程における加熱脱水時間が従来の約半分の時間となり、このため、焼成工程の熱負荷を軽減し、また生産性を向上することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 珪酸化合物水溶液を加熱・焼成して結晶性珪酸化合物を得る結晶性珪酸化合物の製造方法において、珪酸化合物水溶液をパルス衝撃波乾燥して無定形含水珪酸化合物粉末とした後、これを加熱・焼成して結晶性珪酸化合物とすることを特徴とする結晶性珪酸化合物の製造方法。

【請求項 2】 パルス衝撃波乾燥の際、二次空気の入口および乾燥排ガスと乾燥粉末の出口を有する乾燥容器、乾燥容器内部に設置したパルス性衝撃波を伴う燃焼ガスを発生させるパルス燃焼機、および上記燃焼ガス中に乾燥原料を微粒化して噴霧する微粒化噴霧器により構成されるパルス衝撃波乾燥機を用いることを特徴とする請求項 1 記載の製造方法。

【請求項 3】 パルス燃焼機での燃料燃焼量が原料珪酸化合物水溶液の水分 1 kg 当たり 500～2000 kcal、二次空気の供給量が原料珪酸化合物水溶液の水分 1 kg 当たり 2～60 kg、乾燥時間（滞留時間）が 1～20 秒であることを特徴とする請求項 2 記載の製造方法。

【請求項 4】 珪酸化合物水溶液の含水率が 45～80 重量％であり、その珪酸化合物の組成が、一般式 $xM_1O \cdot ySiO_2 \cdot zM'_2O$ （但し、 M_1 は Na 及び／又は K を示し、 M'_2 は Ca 及び／又は Mg を示し、 $y/x = 0.5 \sim 3.5$ 、 $z/x = 0 \sim 1.0$ である。）で表される請求項 1～3 いずれか記載の製造方法。

【請求項 5】 無定形含水珪酸化合物粉末が、湿量基準の含水率で 0.1～28 重量％、かさ密度 0.1～0.6 kg/L である請求項 1～4 いずれか記載の製造方法。

【請求項 6】 焼成の温度範囲が 550～830℃であることを特徴とする請求項 1～5 いずれか記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、珪酸化合物水溶液から結晶性珪酸化合物を工業的に製造する方法に関し、更に詳しくは、珪酸化合物水溶液をパルス衝撃波乾燥して無定形含水珪酸化合物粉末とした後、これを加熱・焼成して結晶性珪酸化合物とする製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、珪酸化合物水溶液を噴霧乾燥して無定形含水珪酸化合物とした後、これを加熱・焼成して結晶性珪酸化合物とする方法には、以下のものがある。

【0003】例えば特公平 6-69890 号公報には、珪酸化合物水溶液を 200～300℃の熱空気中に噴霧して乾燥し粉末状の無定形含水珪酸化合物とした後、これを加熱・焼成して結晶性珪酸化合物とする方法が開示されている。そのときの噴霧乾燥条件としては、滞留時

間 10～25 秒、熱空気温度 200～300℃、乾燥排ガス温度 90～130℃が記載され、また乾燥粉物性として含水率 15～23 重量％、かさ密度 0.3 kg/L 以上が記載されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記のような方法を含めて、通常、熱空気で噴霧乾燥して得られた無定形珪酸化合物粉末（乾燥粉）は 10～25 重量％程度の水分を含有する中空状粒子である。これを加熱焼成炉内に導入すると、被焼成物は 120～140℃で上記水分が脱水された後、所定の焼成温度（通常 500～850℃）まで昇温される。そして、その焼成温度で数時間保持することにより結晶化することができる。従って、加熱・焼成時間としては加熱・脱水過程と加熱・結晶化過程とを合わせた時間が必要となる。

【0005】この際、乾燥粉の含水率が高いとより多くの熱負荷を必要とするため、脱水時間が長くなって生産性が低下する。逆に含水率を低くすると中空粒子がさらに膨らんで、乾燥粉のかさ密度が小さくなる。このため、一定の容積を要する焼成炉内への乾燥粉の充填量が減少して生産性が低下してしまう。

【0006】このため、特開平 4-342413 号公報には、上記の特公平 6-69890 号公報に記載の方法において、無定形含水珪酸化合物粉末を粉砕してから加熱焼成炉に導入して結晶性珪酸化合物とする方法が開示されている。この方法によれば、噴霧乾燥粉を粉砕してその高密度を大きくすることにより焼成への充填量を増加し、加熱・焼成工程の生産性を改善することができるが、粉砕工程が必要となり工業的に不利である。

【0007】従って、珪酸化合物水溶液から空気熱風式噴霧乾燥法により無定形含水珪酸化合物粉末を得、これを加熱焼成して結晶性珪酸化合物とする方法は大量連続操作が可能であるという利点があるが、多大な熱負荷を必要とする加熱・焼成工程の生産性を如何に向上するかが従来よりの課題であった。

【0008】従って、本発明の目的は、従来の熱風式噴霧乾燥法による乾燥粉末を用いた場合と比較して、乾燥粉末の含水率および加熱条件が同じであっても加熱焼成工程における加熱脱水時間が従来より大幅に短縮でき、これにより焼成工程の熱負荷を軽減し、かつ生産性を向上することができる結晶性珪酸化合物の製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、珪酸化合物水溶液をパルス衝撃波乾燥することにより、得られる無定形含水珪酸化合物粉末の粒子構造が通常のものとなり、これを用いることにより上記目的が達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0010】即ち、本発明の要旨は、(1) 珪酸化合物水溶液を加熱・焼成して結晶性珪酸化合物を得る結晶

性珪酸化合物の製造方法において、珪酸化合物水溶液をパルス衝撃波乾燥して無定形含水珪酸化合物粉末とした後、これを加熱・焼成して結晶性珪酸化合物とすることを特徴とする結晶性珪酸化合物の製造方法、(2) パルス衝撃波乾燥の際、二次空気の入口および乾燥排ガスと乾燥粉末の出口を有する乾燥容器、乾燥容器内部に設置したパルス性衝撃波を伴う燃焼ガスを発生させるパルス燃焼機、および上記燃焼ガス中に乾燥原料を微粒化して噴霧する微粒化噴霧器により構成されるパルス衝撃波乾燥機を用いることを特徴とする前記(1)記載の製造方法、(3) パルス燃焼機での燃料燃焼量が原料珪酸化合物水溶液の水分1kg当たり500~2000kcal、二次空気の供給量が原料珪酸化合物水溶液の水分1kg当たり2~60kg、乾燥時間(滞留時間)が1~20秒であることを特徴とする前記(2)記載の製造方法、(4) 珪酸化合物水溶液の含水率が45~80重量%であり、その珪酸化合物の組成が、一般式 $xM_2O \cdot ySiO_2 \cdot zM'O$ (但し、MはNa及び/又はKを示し、M'はCa及び/又はMgを示し、 $y/x=0.5 \sim 3.5$ 、 $z/x=0 \sim 1.0$ である。)で表される前記(1)~(3)いずれか記載の製造方法、

(5) 無定形含水珪酸化合物粉末が、湿量基準の含水率で0.1~28重量%、かさ密度0.1~0.6kg/Lである前記(1)~(4)いずれか記載の製造方法、(6) 焼成の温度範囲が550~830℃であることを特徴とする前記(1)~(5)いずれか記載の製造方法、に関する。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明の結晶性珪酸化合物の製造方法は、珪酸化合物水溶液を加熱・焼成して結晶性珪酸化合物を得る結晶性珪酸化合物の製造方法において、珪酸化合物水溶液をパルス衝撃波乾燥して無定形含水珪酸化合物粉末とした後、これを加熱・焼成して結晶性珪酸化合物とすることを特徴とするものである。

【0012】まず、原料である珪酸化合物水溶液について説明する。用いられる珪酸化合物水溶液の含水率(湿量基準)は45重量%以上のものが好ましく、より好ましくは45~80重量%である。このような珪酸化合物水溶液としては、工業的に生産されている珪酸塩水溶液をそのまま用いることが可能であるが、工業的に生産されている珪酸塩水溶液は通常、珪酸に対するアルカリ金属濃度が低いので、これに水酸化ナトリウム及び/又は水酸化カリウム水溶液等を添加してアルカリ金属濃度を適宜調整したものを用いてもよい。さらにCa、Mgの供給源としてこれらの水酸化物、塩化物または硝酸塩を添加した珪酸化合物水溶液であっても使用することができる。

【0013】なお、本発明に用いる珪酸化合物水溶液としては、前記珪酸塩水溶液のほか、固体状のオルト珪酸ナトリウムやメタ珪酸ナトリウムに、ナトリウム又はカ

リウムの、水酸化物、塩化物および硝酸塩、可溶性シリカ等の一種または混合物の水溶液を添加して組成調整した珪酸化合物水溶液を用いることも可能である。珪酸化合物水溶液の組成としては、特に制限されるものではないが、焼成により生成する結晶性珪酸化合物が、一般式 $xM_2O \cdot ySiO_2 \cdot zM'O$ (但し、MはNa及び/又はKを示し、M'はCa及び/又はMgを示し、 $y/x=0.5 \sim 3.5$ 、 $z/x=0 \sim 1.0$ である。)で表されるものとなるように適宜組成を調整することが、製品の有用性の点で好ましい。

【0014】本発明の製造方法は、以上のような珪酸化合物水溶液をパルス衝撃波乾燥して無定形含水珪酸化合物粉末とするが、かかるパルス衝撃波乾燥は、例えばパルス衝撃波乾燥機により特定の条件で乾燥することにより好適に行われる。

【0015】パルス衝撃波乾燥機とは、二次空気の入口および乾燥排ガスと乾燥粉末の出口を有する乾燥容器、乾燥容器内部に設置したパルス性衝撃波を伴う燃焼ガスを発生させるパルス燃焼機、および上記燃焼ガス中に乾燥原料を微粒化して噴霧する微粒化噴霧器により構成される。パルス衝撃波乾燥機の詳細については、化学装置、6月号(1995年)p.73~77に記載されている。

【0016】乾燥容器は縦型円筒状あるいは横型筒状の何れでもよい。縦型の場合、通常、乾燥排ガスと乾燥粉は円筒下部の1つの出口より排出する。横型の場合は通常、乾燥容器内に沈降した乾燥粉の出口と乾燥排ガス出口の2つの出口を設ける。

【0017】二次空気の導入口はパルス燃焼機を冷却しかつ乾燥温度を調整する目的でパルス燃焼機上流に設けるのが好ましい。パルス燃焼機は、通常、乾燥に必要な熱量に応じて1機または複数機を設置する。微粒化噴霧器としては、パルス性衝撃波を伴う高温の燃焼ガス中に設置することが可能な一流体スプレーノズル、または二流体スプレーノズルを使用することができる。微粒化が不十分であると、乾燥粉を所定の含水率とするために、より長い乾燥時間が必要となり、より大きな乾燥容器が必要となることから、二流体スプレーノズルが好ましい。また、微粒化噴霧器は、通常、パルス燃焼機一台毎に1器以上設置する。

【0018】上記パルス燃焼乾燥機により珪酸化合物水溶液から無定形含水珪酸化合物粉末を得る乾燥方法について、図1を用いて説明する。すなわち、パルス燃焼機10に燃料と燃焼空気を供給することによりパルス性衝撃波を伴う1000~1500℃の燃焼ガスが生成する。この燃焼ガス中に微粒化噴霧器20により噴霧された珪酸化合物水溶液は、瞬時に初期乾燥される。そして、パルス燃焼機の冷却を兼ねて乾燥容器内に二次空気入口30より導入した空気と混合したガス中で所定の含水率まで乾燥され、乾燥容器下部の排出口40より乾燥

排ガスと共に排出される。

【0019】このようにして得られる無定形含水珪酸化合物粉末の含水率は、湿量基準の値で、通常0.1～28重量%、好ましくは5～24重量%、より好ましくは10～22重量%である。この範囲を越えると粘着性のあるゼリー状の様相を呈し始め、取扱いが難しくなる。

【0020】無定形含水珪酸化合物粉末のかさ密度は、好ましくは0.1～0.6kg/L、さらに好ましくは0.12～0.4kg/L、0.15～0.3kg/Lである。この範囲より小さいと、一定の容積を要する加熱焼成装置内への乾燥粉の充填量が減少して加熱焼成工程の生産性が低下してしまう。この範囲より大きいと、加熱焼成時に結晶性珪酸化合物が膨張するために種々トラブルを発生し、加熱焼成工程の生産性を低下させる。

【0021】また、無定形含水珪酸化合物粉末（乾燥粉末）の含水率およびかさ密度を所定の値にするため、パルス燃焼機での燃料燃焼量、二次空気量、乾燥時間（滞留時間）等が適宜調整される。

【0022】パルス燃焼機での燃料燃焼量は、原料珪酸化合物水溶液の水分1kg当たり500～2000kcalが好ましく、より好ましくは原料珪酸化合物水溶液の水分1kg当たり600～1500kcal、さらに好ましくは原料珪酸化合物水溶液の水分1kg当たり700～1000kcalである。この範囲より少ないと、乾燥が不十分となり未乾燥あるいは乾燥粉の含水率が28重量%より大きくなってしまふ。この範囲より多いと、乾燥されすぎて乾燥粉の高密度または含水率が所定の値より小さくなってしまふ。なお、パルス燃焼機用の燃料としては液化天然ガス、プロパン、灯油、重油等を使用することができる。

【0023】パルス燃焼機での燃料燃焼用空気量は、燃料を完全燃焼させるのに必要な理論空気量の1.1～1.6倍が好ましい。この範囲外であるとパルス性衝撃波を発生させることができず、本発明の効果が得られない。

【0024】二次空気量としては、原料珪酸化合物水溶液の水分1kg当たり2～60kgが好ましく、より好ましくは原料珪酸化合物水溶液の水分1kg当たり4～30kgである。この範囲より少ないと、乾燥されすぎて乾燥粉の高密度または含水率が所定の値より小さくなってしまふ。また、パルス燃焼機を十分に冷却することができない。この範囲より多いと、乾燥が不十分となり未乾燥あるいは乾燥粉の含水率が28重量%より大きくなってしまふ。

【0025】乾燥時間（滞留時間）は、1～20秒が好ましく、より好ましくは5～15秒である。この範囲より短いと、乾燥が不十分となり未乾燥あるいは乾燥粉の含水率が28重量%より大きくなってしまふ。この範囲より長いと、乾燥されすぎて乾燥粉の高密度または含水率が所定の値より小さくなってしまふ。尚、滞留時間は

乾燥機内有効容積、乾燥排ガス量及び排ガス温度より計算される値である。このように乾燥して得られる含水珪酸化合物粉末は無定形であり、X線回折で分析してもはっきりしたピークは観察されない。

【0026】上記乾燥工程により得られた無定形含水珪酸化合物粉末（被焼成物）を加熱・焼成して結晶性珪酸化合物とする。加熱・焼成装置としては、特に限定されないが、箱型焼成炉、ロータリーキルン、ベルト式トンネル炉、バケット式トンネル炉が用いられる。

10 【0027】焼成の温度範囲としては通常500℃～ガラス化開始温度、好ましくは結晶性珪酸化合物を収率良く製造する点から550～830℃である。この範囲を越えると、珪酸化合物がガラス化するため結晶化された珪酸化合物が得られにくい傾向がある。また500℃未満では無定形含水珪酸化合物の結晶化が不十分となる傾向がある。

【0028】また、被焼成物を加熱焼成炉内に導入すると、被焼成物は120～140℃で被焼成分中の水分が脱水された後、所定の焼成温度まで昇温される。この加熱脱水時間は被焼成物の含水率により異なるが、生産性を向上するため加熱温度を調整してなるべく短時間にすることが望ましい。但し、下限値としては10分以上、より好ましくは30分以上である。加熱脱水時間が10分より短いと加熱脱水中に被焼成物が膨張するために種々トラブルを発生し、加熱焼成工程の生産性を低下させる。

30 【0029】所定の焼成温度での保持時間、即ち加熱結晶化時間としては20分～10時間が好ましく、より好ましくは30分～5時間である。この範囲より短いと結晶化反応が不十分となり、結晶性珪酸化合物を得ることができない。この範囲を越えると生産性が低下する傾向がある。以上のようにして得られる結晶性珪酸化合物をX線回折により分析すると、その結晶相に応じて特定のピークが観察される。

40 【0030】本発明の結晶性珪酸化合物の製造方法によると、従来の熱風式噴霧乾燥法による乾燥粉末を用いた場合と比較して、乾燥粉末の含水率および加熱条件が同じであっても加熱焼成工程における加熱脱水時間が従来の約半分の時間となる。その理由は明らかではないが、次の如く考えることができる。即ち、従来の熱風式噴霧乾燥による乾燥粉末は中空の球状粒子であるのに対して、本発明による方法では、衝撃波を有し、かつ1000～1500℃の燃焼ガス中で急激な初期乾燥が行われるため、中空の球状粒子に大きな孔が生じていたり、また、中空の球状粒子が破裂して生じたような鱗片状粒子よりなっている。さらに、乾燥速度が速いためより緻密な脱水孔が無定形含水珪酸化合物中に多数形成されているものと考えられる。このため、従来の乾燥粉を用いるよりも焼成工程における加熱脱水速度が速くなるものと考えられる。

【0031】

【実施例】以下、実施例および比較例により本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例等によりなら限定されるものではない。

【0032】実施例1

珪酸化合物水溶液の調製

3号水ガラス（大阪珪曹社製、3号K）921kgを1000L攪拌槽に仕込み、常温にて攪拌下48%NaOH水溶液（東ソー社製）266kg及びCa(OH)₂（土佐石灰製）30重量%水スラリー113kgを投入した。3時間攪拌して珪酸化合物水溶液（白濁スラリー）1300kgを得た。この水溶液の含水率（湿量基準）は62重量%であった。

【0033】パルス衝撃波乾燥機

図1に示すようなパルス衝撃波乾燥機（大阪富士工業（株）製、塔径：2m、塔高（微粒化噴霧機～排出口の長さ）：6m、微粒化噴霧機：二流体ノズル（スプレーイングシステムジャパン社製））により、珪酸化合物水溶液を原料供給速度460kg/hr、パルス燃焼機燃焼量が原料水溶液の水分1kg当たり900kcal、二次空気量が原料中の水分1kg当たり13kgの条件で乾燥した。その結果、かさ密度が0.25kg/L、含水率20重量%の乾燥粉末を211kg/hrで回収することができた。なお、この時、乾燥排ガス温度110℃、滞留時間9秒（乾燥機内有効容積、乾燥排ガス量及び排ガス温度より計算した）であった。

【0034】加熱・焼成

この乾燥粉末10kgをバケット（500×500×200mm、SUS310S製）に仕込み、これを熱風循環炉（モトヤマ社製、炉内寸法600×600×600mm）に入れ、熱風温度600℃、加熱結晶化時間（被焼成物を600℃で保持する時間）2.0時間で加熱・焼成した。この時、加熱脱水時間（被焼成物が600℃になるまでの時間）は2.0時間であった。この結果8kgの製品を得た。

【0035】実施例2

実施例1と同じ操作により珪酸化合物水溶液を調製した。パルス衝撃波乾燥はパルス燃焼機燃焼量が原料水溶液の水分1kg当たり800kcal、二次空気量が原料中の水分1kg当たり12kgの条件とする以外は実施例1と同様の条件で乾燥した。その結果、かさ密度が0.23kg/L、含水率が20重量%の乾燥粉末を209kg/hrで回収することができた。なお、この時、乾燥排ガス温度102℃、滞留時間12秒であった。この乾燥粉末10kgを実施例1と同様の条件で加熱・焼成した。この時、加熱脱水時間は2.0時間であった。この結果8kgの製品を得た。

【0036】実施例3

実施例1と同じ操作により珪酸化合物水溶液を調製した。パルス衝撃波乾燥は、パルス燃焼機燃焼量が原料水

溶液の水分1kg当たり1200kcal、二次空気量が原料中の水分1kg当たり29kgの条件とする以外は実施例1と同様の条件で乾燥した。その結果、かさ密度0.40kg/L、含水率21重量%の乾燥粉末を214kg/hrで回収することができた。なお、この時、乾燥排ガス温度107℃、滞留時間5秒であった。この乾燥粉末15kgを実施例1と同様の条件で加熱・焼成した。この時、加熱脱水時間は2.7時間であった。この結果11.9kgの製品を得た。

【0037】比較例1

実施例1と同じ操作により珪酸化合物水溶液を調製した。この珪酸化合物水溶液を噴霧乾燥機（大川原化工機社製、塔径：2.2m、塔高：5.4m、微粒化噴霧機：回転円盤アトマイザー）により、原料供給速度100kg/hr、熱風温度260℃、排ガス温度125℃の条件で乾燥した。その結果、かさ密度0.21kg/Lで含水率20重量%の乾燥粉末を46kg/hrで回収することができた。なお、この時、滞留時間は36秒であった。この乾燥粉末10kgを実施例1と同様の条件で加熱・焼成した。この時、加熱脱水時間は3.5時間であった。この結果8kgの製品を得た。

【0038】比較例2

実施例1と同じ操作により珪酸化合物水溶液を調製した。噴霧乾燥方法として、原料供給速度90kg/hr、熱風温度240℃、排ガス温度120℃の条件とする以外は比較例1と同様の条件で乾燥した。その結果、かさ密度0.35kg/L、含水率21重量%の乾燥粉末を42kg/hrで回収することができた。なお、この時、滞留時間は36秒であった。この乾燥粉末15kgを実施例1と同様の条件で加熱・焼成した。この時、加熱脱水時間は4.9時間であった。この結果11.9kgの製品を得た。

【0039】実施例1～3および比較例1～2の製品をX線回折装置で分析したところ、何れも結晶化した珪酸化合物Na₂O・1.5SiO₂・0.15CaOであった。また、含水率は何れも0重量%であった。尚、本実施例中の含水率はすべて700℃/1hrでの強熱原料より求め、かさ密度は100ccメスシリンダーにてタッピングせずに測定した値である。

【0040】

【発明の効果】本発明の結晶性珪酸化合物の製造方法によると、無定形含水珪酸化合物粉末（乾燥粉末）を加熱焼成する場合に、従来の熱風式噴霧乾燥法による乾燥粉末を用いた場合と比較して、両者の乾燥粉末の含水率および加熱条件が同じであっても加熱焼成工程における加熱脱水時間が従来の約半分の時間となり、このため、焼成工程の熱負荷を軽減し、また生産性を向上することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は本発明に用いられるパルス衝撃波乾燥機

の一例の縦断面図である。

【符号の説明】

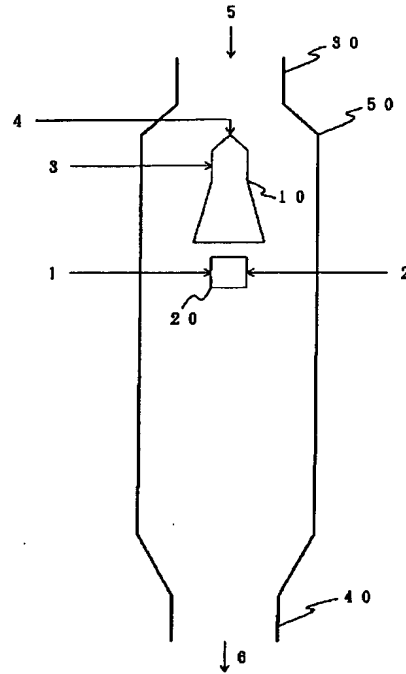
- 1 珪酸化合物水溶液
- 2 噴霧用空気
- 3 燃焼用燃料
- 4 燃焼用空気
- 5 二次空気

* 6 乾燥排ガスと乾燥粉末

- 10 パルス燃焼機
- 20 微粒化噴霧器
- 30 二次空気の入口
- 40 乾燥排ガスと乾燥粉末の出口
- 50 乾燥容器

*

【図1】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.